

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:**

103 13 940.0

**Anmeldetag:**

27. März 2003

**Anmelder/Inhaber:**

Wacker Siltronic AG, Burghausen, Salzach/DE

**Bezeichnung:**

Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls aus  
Silicium, sowie ein Einkristall aus Silicium und davon  
abgetrennte Halbleiterscheiben

**IPC:**

C 30 B 15/14

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 16. Dezember 2003  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

**Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls aus Silicium,  
sowie ein Einkristall aus Silicium und davon abgetrennte  
Halbleiterscheiben**

5 Gegenstand der Erfindung sind ein Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls aus Silicium durch Ziehen des Einkristalls gemäß der Czochralski-Methode aus einer Schmelze, die in einem sich drehenden Tiegel vorgehalten wird, wobei der Einkristall an einer Wachstumsfront wächst, sowie ein Einkristall und von  
10 diesem abgetrennte Halbleiterscheiben.

Es ist bekannt, dass die Herstellung von Einkristallen, die einen Durchmesser von 200 mm oder größer haben, eine besondere Herausforderung darstellt, insbesondere, weil es große Schwierigkeiten bereitet, die radialen Kristalleigenschaften in einem  
15 möglichst engen Toleranzbereich gezielt einzustellen. Das betrifft die Konzentration von Fremd- oder Dotierstoffen und vor allem die Kristalldefekte und Eigenpunktdefekte, beziehungsweise deren Agglomerate. Zu den Eigenpunktdefekten gehören  
20 Zwischengitteratome aus Silicium (silicon self-interstitials) und Leerstellen (vacancies), die sich an der Wachstumsfront des Einkristalls bilden. Sie bestimmen ganz wesentlich die später im Einkristall auftretenden radialen und axialen Defektverteilungen und beeinflussen auch die auftretenden Fremdstoffverteilungen. Beispielsweise tragen Leerstellen zur Präzipitation von Sauerstoff bei. Sauerstoffpräzipitate bilden, wenn sie eine  
Größe von etwa 70 nm überschreiten, sauerstoffinduzierte Stapelfehler (OSF). Die Leerstellen selber können sich zu Agglomeraten zusammenlagern und sogenannte COPs (crystal originated  
30 particles) bilden. Agglomerate von Zwischengitteratomen formen lokale Kristallversetzungen aus, die aufgrund der angewendeten Nachweismethode auch als LPITs (large etch pits) bezeichnet werden. Die Stoffkonzentrationen und die thermischen Verhältnisse an der Wachstumsfront und im erstarrendem Einkristall  
35 bestimmen die Art und die Verteilung der Kristalldefekte und der Fremdstoffe.

Die thermischen Bedingungen beim Ziehen des Einkristalls ergeben sich aus den Wärmequellen, das heißt den eingesetzten Heizelementen, und der bei der Erstarrung abgegebenen Kristallisationswärme. Die Wärmeenergie wird zum Einkristall übertragen durch Strahlung, durch Wärmeleitung und durch Wärmetransport, beispielsweise über die Schmelzenströme. Die Wärmeabfuhr im Bereich der Wachstumsfront wird maßgeblich von der abgestrahlten Wärme am Rand des Einkristalls und von der Wärmeableitung im Einkristall bestimmt. Insgesamt lässt sich der Wärmehaushalt daher durch den Aufbau der Ziehanlage, das heißt über die geometrische Anordnung der wärmeleitenden Teile, der Wärmeschilder und durch zusätzliche Wärmequellen einstellen. Ferner tragen die Prozessbedingungen wie beispielsweise Wachstumsgeschwindigkeit, Druck, Menge, Art und Führung von Spülgasen durch die Ziehanlage wesentlich zur Wärmebilanz bei. Mit einer Erhöhung des Druckes oder der Spülgasmenge wird beispielsweise eine Temperaturverringerung erreicht. Größere Ziehgeschwindigkeiten steigern die erzeugte Kristallisationswärme.

Die wärmetransportierenden Schmelzenströme lassen sich im Voraus kaum genau bestimmen. Durch die im allgemeinen ringförmig um den Tiegel angeordneten Heizelemente wird eine konvektive Schmelzenströmung erzeugt. Zusammen mit der üblicherweise angewendeten gegensinnigen Rotation von Einkristall und Tiegel ergibt sich ein Schmelzenbewegungsmuster, das sich dadurch auszeichnet, dass am Tiegelrand ein nach oben gerichteter und unterhalb des wachsenden Einkristalls ein nach unten gerichteter Schmelzenstrom entsteht.

Wie Experimente zeigen, ist die Schmelzenbewegung auch abhängig vom Betrag und der Richtung der Drehungen des Tiegels und des Einkristalls. Eine gleichsinnige Drehung ergibt beispielsweise ein völlig anderes Konvektionsmuster als eine gegensinnige Drehung. Das Kristallziehen mit gleichsinniger Drehung wurde früher bereits untersucht (Zulehner/Huber in Crystals 8, Springer Verlag Berlin Heidelberg 1982, S.44-46). In der Regel wird eine gegensinnige Drehung bevorzugt, weil sie im Vergleich zu einer gleichsinnigen Drehung zu weniger sauerstoffreichem Material

und zu deutlich stabileren Verhältnissen beim Kristallwachstum führt. Die Variante mit gleichsinniger Drehung wird im Allgemeinen in industriellem Maßstab nicht eingesetzt.

5 Die wärme- und sauerstofftransportierenden Schmelzenströme können auch durch die Kraftwirkung von angelegten elektromagnetischen Feldern beeinflusst werden. Statische oder dynamische Felder ermöglichen es, den Betrag und die Richtung der Schmelzenströme zu verändern, so dass sich verschiedene Sauerstoffgehalte einstellen lassen. Sie werden daher vor allem zur Sauerstoffsteuerung verwendet. Magnetfelder werden in verschiedenen Varianten eingesetzt, beispielsweise in Form von statischen Magnetfeldern (horizontale, vertikale und CUSP Magnetfelder), ein- oder mehrphasigen Wechselfeldern, rotierenden Magnetfeldern und magnetischen Wanderfeldern. Gemäß der Patentanmeldung US-2002/0092461 A1 wird beispielsweise ein magnetisches Wanderfeld eingesetzt, um den Einbau von Sauerstoff in den Einkristall kontrollieren zu können. Neuere numerische Simulationen zur Wirkung magnetischer Felder auf die Schmelzenbewegung sind  
10 beispielsweise dargestellt in 'Numerical investigation of silicon melt flow in large diameter CZ-crystal growth under the influence of steady and dynamic magnetic fields', Journal of Crystal Growth 230 (2001) 92-99.

Für die Kristalleigenschaften ist die radiale Temperaturverteilung an der Wachstumsfront des Kristalls von herausragender Bedeutung. Sie wird wesentlich durch die am Rand des Einkristalls abgestrahlte Wärme bestimmt. Deshalb beobachtet man in der Regel einen viel stärkeren Temperaturabfall am Rand des Einkristalls, als in dessen Zentrum. Der axiale Temperaturabfall wird  
30 meist mit  $G$  (axialer Temperaturgradient) bezeichnet. Seine radiale Variation  $G(r)$  bestimmt ganz wesentlich die Eigenpunktdefektverteilung und damit auch die weiteren Kristalleigenschaften. Die sich aus dem Wärmehaushalt ergebende radiale Änderung des Temperaturgradienten  $G$  wird in der Regel aus numerischen Simulationsrechnungen bestimmt. Experimentell kann die  
35 radiale Variation des Temperaturgradienten aus dem Verhalten

der radialen Kristalldefektverteilung für verschieden Wachstumsgeschwindigkeiten abgeleitet werden.

Im Hinblick auf die Entstehung von Kristalldefekten ist das Verhältnis  $v/G(r)$  von zentraler Bedeutung, wobei  $G(r)$  der axiale Temperaturgradient an der Wachstumsfront des Einkristalls ist und von der radialen Position (dem Radius  $r$ ) im Einkristall abhängt und  $v$  die Geschwindigkeit ist, mit der der Einkristall aus der Schmelze gezogen wird. Liegt das Verhältnis  $v/G$  über einem kritischen Wert  $k_1$ , so treten überwiegend Leerstellendefekte (vacancies) auf, die agglomerieren können und dann beispielsweise als COPs (crystal originated particles) identifiziert werden können. Sie werden je nach Nachweismethode gelegentlich auch als LPD (light point defects) oder LLS (localized light scatterer) bezeichnet. Aufgrund des meist abfallenden radialen Verlaufes von  $v/G$  treten die größten COPs am häufigsten im Zentrum des Kristalls auf. Im allgemeinen haben sie Durchmesser von etwa 100 nm und können bei der Bauelementeherstellung Probleme bereiten. Größe und Anzahl der COPs bestimmen sich aus der Ausgangskonzentration der Leerstellen, den Abkühlraten und der Anwesenheit von Fremdstoffen bei der Agglomeration. Die Anwesenheit von Stickstoff führt beispielsweise zu einer Verschiebung der Größenverteilung zu kleineren COPs mit größerer Defektdichte.

Liegt das Verhältnis von  $v/G$  unter einem kritischen Wert  $k_2$ , der kleiner als  $k_1$  ist, so treten überwiegend Eigenpunktdefekte in Form von Zwischengitteratomen (silicon self-interstitials) in Erscheinung, die ebenfalls Agglomerate bilden können und sich makroskopisch als Versetzungsschleifen zeigen. Diese werden häufig als A-Swirl, die kleinere Form als B-Swirl, oder kurz aufgrund ihrer Erscheinung als Lpit-Defekte (large etch pits) bezeichnet. Die Größe von Lpits liegt im Bereich bis 10  $\mu\text{m}$ . In der Regel können selbst epitaktische Schichten diese Defekte nicht mehr fehlerlos überdecken. Auch diese Defekte können daher die Funktionsfähigkeit der auf Siliciumscheiben erzeugten elektronischen Bauelemente beeinträchtigen.

Im weitesten Sinne wird der Bereich in dem weder eine Agglomeration von Leerstellen noch von Zwischengitteratomen stattfindet, in dem also  $v/G$  zwischen  $k_1$  und  $k_2$  liegt, als neutrale Zone oder perfekter Bereich bezeichnet. Der Wert von  $v/G$  bei dem der Kristall vom Leerstellen- zum Zwischengitterüberschuss wechselt liegt naturgemäß zwischen  $k_1$  und  $k_2$  und wird in der Literatur als kritische Grenze mit  $C_{krit.} = 1.3 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2 \text{ min}^{-1} \text{ K}^{-1}$  angegeben (Ammon, Journal of Crystal Growth, 151, 1995, 273-277). Man unterscheidet im engeren Sinne jedoch weiter einen Bereich, in dem sich noch freie, nicht agglomerierte Leerstellen befinden und ein von freien Zwischengitteratomen bestimmtes Gebiet. Der Leerstellenbereich, auch  $v$ -Gebiet (vacancies) genannt, zeichnet sich dadurch aus, dass bei genügend hohem Sauerstoffgehalt des Einkristalls dort oxidationsinduzierte Stapelfehler entstehen, während der  $i$ -Bereich (interstitials) völlig fehlerfrei bleibt. In diesem engeren Sinne ist daher nur das  $i$ -Gebiet ein wirklich perfekter Kristallbereich.

Große, eingewachsene Sauerstoffausscheidungen mit einem Durchmesser von über etwa 70 nm können als sauerstoffinduzierte Stapelfehler (OSF) sichtbar gemacht werden. Dazu werden die aus dem Einkristall geschnittenen Halbleiterscheiben einer speziellen Temperaturbehandlung unterzogen, die als feuchte Oxidation bezeichnet wird. Das Größenwachstum der beim Kristallziehen entstehenden Sauerstoffpräzipitate, die gelegentlich auch als as grown BMD (bulk micro defects) bezeichnet werden, wird durch Leerstellen des Siliziumgitters gefördert. Daher findet man OSF vor allem  $v$ -Bereich.

Praktisch defektfrei wird der Einkristall, wenn es gelingt, die Ziehbedingungen so einzustellen, das der radiale Verlauf der Defektfunktion  $v/G(r)$  innerhalb der kritischen Grenzen der COP- oder  $L_{pit}$ -Bildung liegt. Das ist jedoch insbesondere dann nicht einfach zu realisieren, wenn Einkristalle mit einem vergleichsweise großen Durchmesser gezogen werden, weil dann der Wert von  $G$  deutlich von der radialen Position  $r$  abhängt. In der Regel ist der Temperaturgradient  $G$  am Rand des Einkristalls aufgrund von Wärmestrahlungsverlusten sehr viel höher als im Zentrum.

Der radiale Verlauf der Defektfunktion  $v/G(r)$  beziehungsweise des Temperaturgradienten  $G(r)$  kann dazu führen, dass auf einer, aus dem Einkristall geschnittenen Halbleiterscheibe, mehrere Defektbereiche vorhanden sein können. Im Zentrum treten bevorzugt COPs auf. Die Größenverteilung der agglomerierten Leerstellen ergibt sich aus der Abkühlrate des Einkristalls im Bereich der Wachstumsfront. Durch eine hohe Abkühlrate (über 2 K/min), beziehungsweise kleinen Verweilzeiten im Temperaturbereich vom Schmelzpunkt bis etwa 1100 °C oder mittels Stickstoffdotierung der Schmelze kann die Größenverteilung der COPs von wenigen großen zu vielen kleinen, weniger störenden COPs gezielt verändert werden. Man findet auch eine radiale Größenverteilung im COP-Gebiet in der Form, dass sich mit zunehmenden Radius kleinere Defekte ausbilden. An das COP-Gebiet schließt sich der sauerstoffinduzierten Stapelfehlerkranz (OSF) an, als Ergebnis der Wechselwirkungen von Leerstellen und Sauerstoffausscheidungen. Nach außen folgt ein völlig defektfreies Gebiet, das wiederum von einem Bereich mit Kristalldefekten bestehend aus Zwischengitteragglomeraten (LPITs) begrenzt wird. Am Rand des Einkristalls diffundieren die Zwischengitteratome abhängig von den thermischen Verhältnissen aus, so dass dort wiederum ein zentimeterbreiter, defektfreier Ring entstehen kann.

Die auftretenden Kristalldefektbereiche im Zusammenhang mit dem radialen  $v/G$ -Verlauf sind bereits bei Eidenzon/Puzanov in Inorganic Materials, Vol. 33, No3, 1997, pp. 219-255 ausführlich dargestellt. In diesem Beitrag wird auch bereits auf Möglichkeiten verwiesen, defektfreies Material herzustellen. Dabei wird sowohl auf Abkühlraten im Temperaturbereich während der Agglomeration, auf die Einflussnahme mittels Stickstoffdotierung und auf Methoden wie der oszillierenden Wachstumsgeschwindigkeit verwiesen.

Bis zu einem gewissen Grad kann eine radiale Homogenisierung von  $v/G(r)$  durch den Einsatz von passiven oder aktiven Hitzeschildern in Bereich der Erstarrungsfront erreicht werden, wie

es beispielsweise in der US-6153008 dargestellt wurde. Die meisten Veröffentlichungen betreffen die Beeinflussung des Abkühlverhaltens durch modifizierte Wärmeschilder. Mit dem bekannten Stand der Technik lässt sich damit jedoch eine ausreichende radiale v/G Homogenisierung für die Herstellung von perfect silicon, insbesondere bei großen Kristalldurchmessern, nicht erzielen. Mittels Fremdstoffe wie beispielsweise Stickstoff oder Kohlenstoff, aber auch Sauerstoff lässt sich die Defektverteilung in Größe und örtlicher Lage beeinflussen und damit auch die Präzipitation der Fremdstoffe, beispielsweise des Sauerstoffes, beeinflussen. Es ist daher auch von großer Bedeutung sowohl axiale, also auch radiale Fremdstoffprofile gezielt erzeugen und steuern zu können.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren anzugeben, das es ermöglicht, auch bei großen Kristalldurchmessern die vom Kunden gewünschten Defektverteilungen im Einkristall gezielt einstellen zu können, so dass möglichst viele Halbleiterscheiben mit den spezifizierten Eigenschaften vom Einkristall abgetrennt werden können. Halbleiterscheiben, die nur COPs, insbesondere solche mit einer vorgegebenen Größen- und Dichteverteilung aufweisen und Halbleiterscheiben, die keine Agglomerate von Eigenpunktdefekten haben (perfect silicon), sind in diesem Zusammenhang von besonderem Interesse. Aber auch Halbleiterscheiben mit Stapelfehlerkranz (ring-wafer), mit beiden Eigenpunktdefekt-Typen oder mit nur einem Eigenpunktdefekt-Typ, zusammen mit einer vorgegebenen Sauerstoffkonzentration oder einer bestimmten Sauerstoffpräzipitation können vom Kunden spezifiziert sein.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls aus Silicium durch Ziehen des Einkristalls gemäß der Czochralski-Methode aus einer Schmelze, die in einem sich drehenden Tiegel vorgehalten wird, wobei der Einkristall an einer Wachstumsfront wächst, das dadurch gekennzeichnet ist, dass dem Zentrum der Wachstumsfront durch einen zur Wachstumsfront gerichteten Wärmestrom gezielt Wärme zugeführt wird.



Gegenstand der Erfindung ist auch ein Einkristall aus Silicium mit einem Sauerstoffgehalt von  $4 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  bis  $7,2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  und einer radialen Konzentrationsänderung von Bor oder Phosphor von unter 5%, der keine agglomerierten Eigenpunktdefekte hat und gegebenenfalls mit Stickstoff und/oder Kohlenstoff dotiert ist.

Gegenstand der Erfindung sind auch Halbleiterscheiben, die von einem solchen Einkristall abgetrennt werden.

Gegenstand der Erfindung sind schließlich auch Halbleiterscheiben aus Silicium mit agglomerierten Leerstellendefekten (COPs) als einzigem Eigenpunktdefekt-Typ, wobei diese Defekte eine Variation ihres mittleren Durchmessers von weniger als 10% aufweisen und auf einer Kreisfläche der Halbleiterscheiben vorhanden sind, wobei der Durchmesser der Kreisfläche mindestens 90% des Durchmessers der Halbleiterscheiben beträgt.

Bei der Auswertung von durchgeführten Ziehversuchen wurde erkannt, dass eine unzureichende radiale Homogenisierung des Quotienten  $v/G(r)$  mit einer zu geringen Wärmezufuhr aus der Schmelze zum Zentrum der Wachstumsfront zusammenhängt. Bisher hat man sich nicht mit der Bedeutung der Wärmezufuhr aus der Schmelze für die Herstellung von perfect silicon befasst.

Gemäß der vorliegenden Erfindung wird empfohlen, dem Zentrum der Wachstumsfront gezielt Wärme zuzuführen, so dass pro Zeiteinheit mehr Wärme das Zentrum der Wachstumsfront erreicht, als den das Zentrum umgebenden Randbereich der Wachstumsfront. Dies kann durch eine auf das Zentrum der Wachstumsfront wirkende Heizquelle und/oder durch eine im Zentrum der Schmelze aufwärtsgerichtete Schmelzenströmung erzielt werden. Neben der Bedeutung eines zur Wachstumsfront gerichteten, axialen Wärmestromes wurde weiterhin erkannt, dass in einem Bereich von bis zu 5 cm unterhalb des wachsenden Einkristalls eine zur Wachstumsfront parallele isotherme Temperaturverteilung in der Schmelze für eine radiale Homogenisierung besonders vorteilhaft ist. Ausgedrückt mittels eines axialen Temperaturgradienten  $G_s(r)$  in der Schmelze sollte in einem Bereich mit einer Ausdehnung von bis zu 5 cm unter der Wachstumsfront und von

mindestens 90% des Durchmessers des Einkristalls eine Temperaturverteilung erzeugt werden, bei der die radiale Variation des axialen Temperaturgradienten in der Schmelze 15% nicht überschreitet. Die radiale Variation von  $G_s(r)$  ist bevorzugt kleiner als 10% und besonders bevorzugt kleiner als 3%. Die vorliegende Erfindung stellt somit Randbedingungen zur gezielten Defektsteuerung oder für die Herstellung von perfect silicon zur Verfügung.

10 Gemäß einer Ausführungsform der Erfindung wird ein zum Zentrum der Wachstumsfront gerichteter Wärmestrom in Form einer aufwärtsgeschichteten Schmelzenströmung durch gleichsinniges Drehen des Tiegels und des wachsenden Einkristalls erzeugt, wobei der Tiegel mit mindestens 10% der Drehgeschwindigkeit des Einkristalls gedreht wird. Da aber dadurch der Sauerstoffgehalt des Einkristalls auf technisch kaum interessante Konzentrationen angehoben wird, ist bevorzugt, durch Anlegen eines Magnetfelds dem Einbau von Sauerstoff in das Kristallgitter entgegenzuwirken. Dazu eignen sich beispielsweise magnetische Wanderfelder (TMF), die eine parallel zur Tiegelwand auf- bzw. abwärtsgerichtete Strömung erzeugen oder statische CUSP-Felder die eine Verringerung der Schmelzenbewegung in der Nähe des Tiegelrandes bewirken. Mit Hilfe der angeführten Magnetfelder lassen sich die Sauerstoffgehalte auf unter  $6.0 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  reduzieren und gleichzeitig die Wachstumsbedingungen stabilisieren. Für die Erzeugung der erforderlichen magnetischen Felder werden vorzugsweise Stromstärken von bis zu 3000 A bei bis zu 50 Spulenwindungen benutzt.

30 Ein zum Zentrum der Wachstumsfront gerichteter Wärmestrom kann gemäß einer weiteren Ausführungsform der Erfindung auch durch eine Wärmequelle erzeugt werden, die die Temperatur im Zentrum des Bodens des Tiegels im Vergleich zur Temperatur am Rand des Bodens gezielt erhöht. Die Temperatur des Tiegels ist im Zentrum des Tiegelbodens, also in dem Bereich, über dem das Zentrum der Wachstumsfront des Einkristalls liegt, um mindestens 2 K, vorzugsweise um mindestens 5 K und besonders bevorzugt um mindestens 10 K höher, als die Temperatur am Rand des

Tiegelbodens. Eine Ausführungsform der Erfindung sieht deshalb den Einsatz eines Widerstandsheizers vor, der im Zentrum des Tiegelbodens oder unter dem Zentrum des Tiegelbodens auf der Tiegelwelle angebracht ist. Statt eines Widerstandsheizers kann  
5 auch eine Induktionsspule verwendet werden, die mit mittlerer bis hoher Frequenz (50 Hz bis 500 kHz) betrieben wird. Durch die elektromagnetische Kraftwirkung der Spule wird eine aufwärts, zum Zentrum der Wachstumsfront gerichtete Strömung angetrieben. Zusätzlich wird die Schmelze vom Zentrum des Tiegelbodens aus erhitzt. Je nach geometrischer Anordnung werden Heizleistungen im Bereich von 1 kW bis 60 kW benötigt.

Gemäß einer anderen Ausführungsform der Erfindung wird ein bei Ziehanlagen zur Herstellung von Einkristallen mit Durchmessern  
15 von mindestens 200 mm üblicherweise vorhandener Bodenheizer für eine gezielte Beheizung der Schmelze vom Zentrum des Tiegelbodens aus eingesetzt, in dem durch Wärmeisolierung dafür Sorge getragen wird, dass der Bodenheizer das Zentrum des Tiegelbodens stärker aufheizt, als den Rand des Tiegelbodens. Zu diesem  
20 Zweck ist in der Bodenplatte und/oder dem Stütztiegel in einem äußeren Bereich eine konzentrische Aussparung vorgesehen, die mit wärmeisolierendem Material gefüllt ist, so dass der Quarztiegel im äußeren Bereich thermisch stärker isoliert ist. Die Bodenplatte trägt den Tiegel und einen diesen umgebenden Stütztiegel aus Graphit. Beim Aufheizen durch den Bodenheizer wird der Schmelze Wärme zugeführt und wegen der ringförmigen, thermischen Isolierung in der Bodenplatte oder dem Stütztiegel jedoch im wesentlichen nur im Zentrum des Quarztiegelbodens. Als Isoliermaterial zum Füllen der Aussparung in der Bodenplatte und/oder im Stütztiegel eignen sich beispielsweise Graphitfolien oder Graphitfilze. Die benötigte Bodenheizerleistung  
30 liegt vorzugsweise über den üblichen Leistungen im Bereich von 20 kW bis 80 kW. Zusätzlich kann eine thermische Isolierung in die Tiegelwelle integriert werden, damit der Wärmeabfluss nach  
35 unten über die Tiegelwelle minimiert wird.

Eine andere erfindungsgemäße Ausführungsform zur gezielten Wärmezufuhr zum Zentrum Wachstumsfront besteht darin, dass eine

Wärmequelle unter dem Zentrum des wachsenden Einkristalls in die Schmelze eingebracht wird. Das kann beispielsweise durch ein in Quarz eingebettetes, elektrisch betriebenes Heizelement aus Graphit verwirklicht werden oder mittels eines Heizelements, das durch Verwendung anderer prozessverträglicher Materialien vor der Schmelze geschützt ist.

Gemäß einer weiteren Ausführungsform der Erfindung wird ein Wärmestrom, der zum Zentrum der Wachstumsfront gerichtet ist, durch ein elektromagnetisches Feld erzeugt, dem die Schmelze ausgesetzt wird und das teilweise abgeschirmt ist, indem mindestens 10 % der Fläche einer Wand des Tiegels gegen ein Einwirken des elektromagnetischen Felds auf die Schmelze abgeschirmt wird. Eine besonders bevorzugte Möglichkeit des Erzeugens eines solchen Wärmestroms besteht in der Anwendung eines magnetischen Wanderfelds (travelling field). Die Kraftwirkung des Feldes ist abhängig vom Material der Abschirmung sowie von der Amplitude und von der Frequenz des elektrischen Stroms, der durch die das Magnetfeld erzeugenden Spulen fließt. Als magnetische Abschirmung können metallische Materialien verwendet werden, wie beispielsweise Kupferplatten mit einer Dicke im Zentimeterbereich, welche zwischen den Magnetspulen und dem Tiegel angeordnet werden und so einen Teil der Fläche der Tiegelwand und der dahinter befindlichen Schmelze dem Einfluss des Magnetfelds entziehen. Als besonders wirksam hat sich eine Abschirmung bestehend aus zwei sich gegenüberliegenden Platten mit einem Öffnungswinkel von jeweils 90° erwiesen. Es werden vorzugsweise Frequenzen von 10 Hz bis etwa 1000 Hz eingesetzt. Bei der Anwendung eines magnetischen Wanderfelds (travelling field) mit teilweiser Abschirmung in Form von rechteckigen Kupferplatten ist eine Frequenz im Bereich von 30 Hz bis 100 Hz besonders geeignet. Zur Erzeugung eines solchen Wanderfelds werden vorzugsweise Stromstärken von bis zu 500 A bei bis zu 50 Spulenwindungen benutzt. Hohe Tiegeldrehungen von mindestens 3 U/min reduzieren den Einfluss des Magnetfeldes, so dass die gewünschte Zufuhr von zusätzlicher Wärme zur Wachstumsfront über die Geschwindigkeit der Tiegeldrehung beeinflusst werden kann. Zu berücksichtigen ist ferner auch die jeweils im Tiegel

vorliegende Schmelzenmenge, weil sich davon abhängig verschiedene Schmelzenstrommuster ausbilden können. Die notwendigen Bedingungen in Abhängigkeit von der jeweils vorliegenden Schmelzenmenge, das heißt, das Verhältnis von Magnetfeld, Abschirmung und Ziehprozessparameter, wie beispielsweise der Tiegeldrehung, werden durch Experimente und abschätzende Simulationsrechnungen jeweils näherungsweise bestimmt.

Die Erfindung wird nachfolgend an Hand von Figuren weiter erläutert. In Fig.1 ist das Prinzip des erfindungsgemäßen Verfahrens schematisch dargestellt. Fig.2 zeigt Verläufe des Quotienten  $v/G(r)$  in Abhängigkeit des Radius des Einkristalls. Fig.3 zeigt die beim konventionellen Czochralski-Verfahren (mit gegensinniger Drehung von Einkristall und Tiegel) auftretenden typischen Schmelzenströme und Fig.4 den daraus typischerweise resultierenden Verlauf des axialen Temperaturgradienten  $G_s(r)$  in der Schmelze. Im Vergleich dazu zeigen die Figuren 5 und 6 Schmelzenstrommuster beziehungsweise den Verlauf des axialen Temperaturgradienten  $G_s(r)$ , wie sie bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens auftreten. Die Figuren 7 bis 13 zeigen verschiedene Anordnungen zu bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung.

In Fig.1 ist das Prinzip des erfindungsgemäßen Verfahrens schematisch dargestellt. Der Einkristall 1 wächst an einer Wachstumsfront 2, zu deren Zentrum ein Wärmestrom 3 durch die Schmelze gezielt zugeführt wird. Mit Hilfe der veranschaulichten, zusätzlichen axialen Wärmezuführung ist es möglich, für Einkristalle mit großem Durchmesser von mindestens 200 mm eine für die Herstellung von perfect silicon ausreichende radiale Homogenisierung des Temperaturgradienten  $G(r)$  an der Wachstumsfront vorzunehmen oder einen für eine gezielte Defektsteuerung notwendigen Temperaturgradienten  $G(r)$  einzustellen. Die Qualität der Homogenisierung von  $G(r)$  geht aus der Temperaturverteilung in der Schmelze hervor. Besonders vorteilhaft ist es, wenn der in der Schmelze eingestellte axiale Temperaturgradienten  $G_s(r)$  in der Schmelze eine möglichst geringe radiale Varia-

tion aufweist, so dass die gezeigte, zur Wachstumsfront parallele isotherme Temperaturverteilung 7 entsteht.

Die Wirksamkeit des erfindungsgemäßen Verfahrens wird durch die in Fig.2 dargestellten Verläufe des Quotienten  $v/G(r)$  in Abhängigkeit des Radius des Einkristalls für Einkristalle mit einem Durchmesser von 300 mm verdeutlicht. Die bei einer erfindungsgemäßen gleichsinnigen Drehung von Einkristall und Tiegel gefundene Wärmeströmung in der Schmelze zum Zentrum der Wachstumsfront führt zu einer sehr deutlichen radialen Homogenisierung von  $v/G(r)$ , bezeichnet als Kurve (c), während eine versuchte Homogenisierung mittels Wärmeschutzschilder gemäß unterschiedlicher Ausbildungsformen (a) und (b), die nicht Gegenstand der Erfindung sind, zur Herstellung von perfect silicon nicht ausreicht. In den nachfolgenden Abbildungen ist die Wirkung des erfindungsgemäßen zentralen Wärmestromes (Fig.5 und Fig.6) gegenüber einer konventionellen Schmelzenkonvektion (Fig.3 und Fig.4) in Form von Ergebnissen aus Modellrechnungen gegenübergestellt.

Fig.3 zeigt die beim konventionellen Czochralski-Verfahren (mit gegensinniger Drehung von Einkristall und Tiegel) auftretenden typischen Schmelzenströme, die sich durch eine abwärts zum Tiegelboden gerichtete axiale Strömung auszeichnen.

Dabei entstehen wenige Zentimeter unterhalb der Wachstumsfront in der Schmelze Temperaturverhältnisse, die in Fig.4 dargestellt sind. Der in der Schmelze auftretende axiale Temperaturgradient  $G_s(r)$  zeigt eine starke Veränderung in Abhängigkeit des Radius. Die radiale Änderung von  $G_s(r)$  beträgt innerhalb des Kristalldurchmessers etwa 17%.

Deutlich verschieden sind die Verhältnisse bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, beispielsweise gemäß der Ausführungsform, bei dem die Schmelze einem asymmetrischen Wanderfeld ausgesetzt wird, das mittels zweier Abschirmungen erzeugt wird, die mindestens 10 % der Wandfläche des Tiegels abschirmen. Das Schmelzenstrommuster, dargestellt in Fig.5, zeigt einen axialen, zur Wachstumsfront gerichteten Schmelzenstrom.

Der durch den Schmelzenstrom verursachte Wärmetransport führt zu einer im Vergleich zu Fig.4 deutlich verschiedenen Temperaturverteilung in der Schmelze unterhalb des wachsenden Einkristalls (Fig.6). Man findet einen deutlich homogenen Temperaturgradienten  $G_s(r)$  in der Schmelze, der die gewünschte axiale Homogenisierung von Eigenpunktdefekten und Fremd- und Dotierstoffen im Einkristall zur Folge hat. In einer Siliciumschmelze beträgt die radiale Variation von  $G_s(r)$  unter 15%. Für die der Fig.6 zu Grunde liegenden Bedingungen wurden im Durchschnitt 7% ermittelt.

In den nachfolgenden Abbildungen Fig.7 bis Fig.13 sind verschiedene Anordnungen zu bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung dargestellt. In Fig.7 bis Fig.10 spielen Heizelemente eine zentrale Rolle, die als elektrische Widerstandsheizkörper, als Induktionsheizkörper oder gegebenenfalls auch als Strahlungsheizkörper ausgeführt sein können und an jeweils unterschiedlichen Positionen unter dem wachsenden Einkristall angeordnet sind. Jedes Heizelement fungiert als Wärmequelle, die einen Wärmestrom erzeugt, der zum Zentrum der Wachstumsfront des Einkristalls gerichtet ist. Zur Unterstützung der Wirkung der Heizelemente können thermisch isolierende Elemente 6, beispielsweise Graphitfolien oder Graphitfilze, ringförmig unter dem Quarztiegel, jedoch nicht unter dem Zentrum des Tiegelbodens, angebracht werden. Sie behindern eine außeraxiale Zufuhr von Wärme in die Schmelze. Um die Heizwirkung in den zum Zentrum der Wachstumsfront gerichteten Schmelzenstrom zu fokussieren, können gut oder extrem gut wärmeleitfähige Elemente, beispielsweise aus Graphit oder anderen prozessverträglichen Materialien in das Zentrum des Tiegelbodens eingelassen werden. Die mittels der Heizelemente zugeführte Energie wird jeweils den geometrischen und prozessbedingten Gegebenheiten angepasst und muss beispielsweise entsprechend der im Verlauf des Kristallwachstums abnehmenden Restschmelzenmenge im Tiegel nachjustiert werden.

Fig.7 zeigt schematisch die Anordnung, die neben einem konventionellen Hauptheizer 4 ein zusätzliches Heizelement 8 aufweist, das unter dem Graphitstütztiegel 5 als Tiegelbodenheizer

angeordnet ist und mittels der Wärmeisolierung 6 einen nach oben zum Zentrum der Wachstumsfront 2 des Einkristalls 1 gerichteten Wärmestrom 3 erzeugt. Die Wärmeisolierung 6 kann im Stütztiegel und/oder der Bodenplatte, die den Stütztiegel trägt, integriert werden. Die Heizleistung des zusätzlichen Tiegelbodenheizers 8 sollte vorzugsweise über 2% der Heizleistung des Hauptheizers betragen, um einen effektiven Wärmestrom zu erzeugen. Der Tiegelbodenheizer kann beispielsweise als elektrischer Widerstandsheizer aus Graphit ausgeführt werden und gegebenenfalls verfahrbar gestaltet sein. Die notwendige Heizleistung muss der jeweiligen Schmelzenmenge (abhängig von der bereits erstarrten Kristalllänge) angepasst werden. Sie liegt im Bereich von über 5 kW.

In Fig.8 sind weitere konstruktive Merkmale dargestellt, die zu einer verbesserten Wärmeübertragung im Tiegelzentrum führen. So kann der zentrale Wärmestrom mittels einer im Quarztiegelzentrum erhöhten Materialauflage verstärkt werden, beispielsweise durch eine mittige Verdickung 12 des Stütztiegels. Zur Verminderung der Wärmeabfuhr über die Tiegelwelle kann ein isolierendes Element 16 eingefügt werden.

In der Anordnung gemäß Fig.9 ist ein wärmestromerzeugendes zusätzliches Heizelement 9 im Boden des Stütztiegels 5 integriert. Bei dieser Ausführungsform ist sowohl ein induktiv betriebener, als auch ein Widerstand-Heizelement verwendbar oder eine Kombination von beiden.

In der Anordnung nach Fig.10 wird der erfindungsgemäß erforderliche Wärmestrom zum Zentrum der Wachstumsfront durch ein in der Schmelze unter der Wachstumsfront des wachsenden Einkristalls angeordnetes Heizelement 10 erzeugt. Einsetzbar ist zu diesem Zweck beispielsweise ein mit Quarz ummantelter Graphitheizer, beispielsweise ein Heizer mit der vergrößert dargestellten mäanderförmigen Heizzonenstruktur.

Mit einer Anordnung gemäß Fig.11 wird ein gewünschter zum Zentrum der Wachstumsfront gerichteter Wärmestrom 3 mittels



gleichsinniger Drehung von Einkristall und Tiegel erzeugt. Dazu muss die Geschwindigkeit der Tiegeldrehung auf einen Wert von mindestens 10% der Geschwindigkeit der Kristalldrehung eingestellt werden. In der Schmelze stellt sich ein bevorzugtes

5 Strömungsmuster 11 ein. Während des Ziehvorganges können zusätzlich Variationen der Tiegel- oder der Kristalldrehung notwendig sein, um den sich verändernden thermischen Haushalt Rechnung zu tragen. Die im allgemeinen wegen der gleichsinnigen Drehung von Tiegel und Einkristall stark erhöhten Sauerstoff-  
10 gehalte in der Schmelze können durch vor allem im Randbereich des Tiegels auf die Schmelze wirkende Magnetfelder reduziert werden. Als besonders zweckmäßig sind statische, magnetische CUSP-Felder, die, ohne die verfahrensgemäßen Prozessbedingungen zu verschlechtern, Sauerstoffgehalte im Einkristall von unter  
15  $6.0 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  ermöglichen.

Mit einer Anordnung gemäß Fig.12 wird ein zum Zentrum der Wachstumsfront gerichteter Wärmestrom 3 durch ein statisches elektrisches Feld zwischen dem Tiegel und dem Einkristall erzeugt. Dazu muss eine positive Spannung von über 100 Volt an  
20 den Tiegel angelegt werden. In der Schmelze stellt sich ein bevorzugtes Strömungsmuster 11 ein.

Weitere erfindungsgemäße Ausführungsformen betreffen die Verwendung von elektromagnetischen Feldern, die über ihre Kraftwirkung auf die Schmelze einen senkrecht zur Wachstumsfront gerichteten Wärmestrom erzeugen, wobei die Kraftwirkung auf die Schmelze durch eine Abschirmung von mindestens 10 % der Wandfläche des Tiegels eingeschränkt ist. Die das Magnetfeld erzeugenden Spulen können außerhalb oder in der Kristallziehanlage  
30 angeordnet sein. Eine bevorzugte Ausführungsform diese Typs umfasst ein teilweise abgeschirmtes magnetisches Wanderfeld (travelling magnetic field). In Fig.13 ist eine geeignete Anordnung dargestellt, mit einem an einer Wachstumsfront 2 wachsenden Einkristall 1, einem durch die Wirkung des Wanderfelds erzeugten, zum Zentrum der Wachstumsfront gerichteten Wärmestrom 3 und einem um den Tiegel angeordneten ringförmigen Heizelement 4. In der Schmelze stellt sich ein bevorzugtes Strö-

5 mungsmuster 11 ein. Das Wanderfeld wird von einem Magneten 13 erzeugt, der wiederum ringförmig um das Heizelement 4 angeordnet ist. Zum Erzeugen des Magnetfelds haben sich, bei einer Spulenwindungszahl von bis zu 50 und bei einem Spulendurchmesser von über 500 mm, elektrische Ströme von über 100 A bis zu 500 A als besonders geeignet erwiesen. Zur teilweisen Abschirmung des magnetischen Wanderfeldes sind zwei gegenüberliegende, radial innerhalb der Magnetspulen angebrachte Abschirmungen 14 vorhanden, durch die die Rotationssymmetrie des Feldes gebrochen wird, so dass sich in Richtung der Abschirmungen etwas andere Verhältnisse ausbilden als senkrecht dazu. Die Abschirmungen bestehen vorzugsweise aus Kupfer und besitzen einen Öffnungswinkel von jeweils  $90^\circ$ . Sie schirmen mindestens 10% der Wandfläche des Tiegels ab.

**Patentansprüche:**

1. Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls aus Silicium durch Ziehen des Einkristalls gemäß der Czochralski-Methode aus  
5 einer Schmelze, die in einem sich drehenden Tiegel vorgehalten wird, wobei der Einkristall an einer Wachstumsfront wächst, dadurch gekennzeichnet, dass dem Zentrum der Wachstumsfront durch einen zur Wachstumsfront gerichteten Wärmestrom gezielt Wärme zugeführt wird.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Krümmung der Wachstumsfront verringert oder erhöht wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass ein axialer Temperaturgradient  $G(r)$  an der  
15 Wachstumsfront vergleichmäßig wird, wobei  $r$  von 0 bis zum Radius des wachsenden Einkristalls reicht.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass in einem Bereich mit einer Ausdehnung von bis zu  
20 5 cm unter der Wachstumsfront und von mindestens 90% des Durchmessers des Einkristalls eine Temperaturverteilung erzeugt wird, bei der eine radiale Variation des axialen Temperaturgradienten  $G_s(r)$  in der Schmelze kleiner als 15% ist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmestrom durch eine Wärmequelle erzeugt wird, die die Temperatur im Zentrum eines Bodens des Tiegels im Vergleich zur Temperatur am Rand des Bodens des Tiegels gezielt  
30 erhöht.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass unter dem Tiegel ein Bodenheizer angeordnet wird und durch Wärmeisolierung dafür Sorge getragen wird, dass der Bodenheizer  
35 das Zentrum des Bodens des Tiegels stärker aufheizt, als den Rand des Bodens des Tiegels.

7. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Wärmequelle im Zentrum eines Bodens des Tiegels angeordnet wird.

5 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur des Tiegels im Zentrum des Bodens des Tiegels um mindestens 2 K gegenüber der Temperatur am Rand des Bodens des Tiegels erhöht ist.

10 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass eine Wärmequelle unter der Wachstumsfront in der Schmelze angeordnet wird.

15 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmestrom mittels gleichsinniger Drehung des Einkristalls und des Tiegels erzeugt wird, wobei der Tiegel mit mindestens 10% der Drehgeschwindigkeit des Einkristalls gedreht wird.

20 11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Schmelze einem magnetischen CUSP-Feld ausgesetzt wird.

12. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Schmelze einem magnetischen Wanderfeld ausgesetzt wird.

30 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmestrom durch ein elektromagnetisches Feld erzeugt wird, dem die Schmelze ausgesetzt wird, wobei mindestens 10 % einer Wandfläche des Tiegels gegen ein Einwirken des elektromagnetischen Felds auf die Schmelze abgeschirmt wird.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmestrom durch ein magnetisches Wanderfeld erzeugt wird.

35 15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass eine Rotationssymmetrie des elektromagnetischen Felds durch die teilweise Abschirmung des Felds gebrochen wird.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmestrom durch Anlegen einer positiven elektrischen Spannung von über 100 Volt an den Tiegel erzeugt wird.

17. Einkristall aus Silicium mit einem Sauerstoffgehalt von  $4 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  bis  $7.2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  und einer radialen Konzentrationsänderung von Bor oder Phosphor von unter 5%, der keine agglomerierten Eigenpunktdefekte hat.

18. Einkristall nach Anspruch 17, der mit Stickstoff und/oder Kohlenstoff dotiert ist.

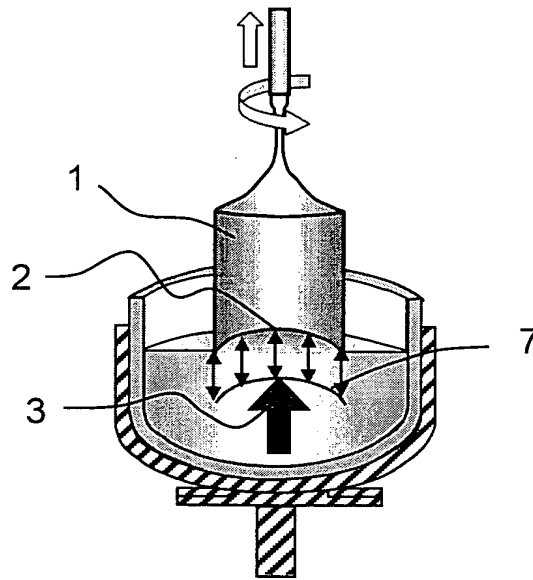
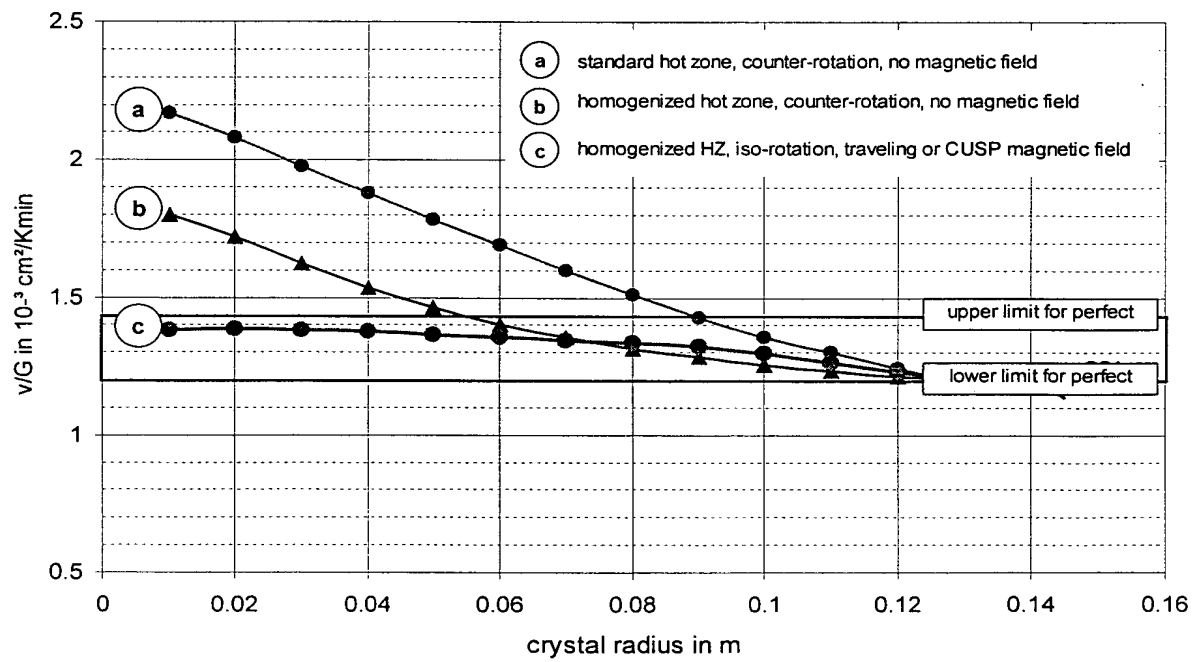
19. Halbleiterscheiben aus Silicium, abgetrennt von einem Einkristall gemäß Anspruch 17 oder Anspruch 18.

20. Halbleiterscheiben aus Silicium mit agglomerierten Leerstellendefekten (COPs) als einzigem Eigenpunktdefekt-Typ, wobei diese Defekte eine Variation ihres mittleren Durchmessers von weniger als 10% aufweisen und auf einer Kreisfläche der Halbleiterscheiben vorhanden sind, wobei der Durchmesser der Kreisfläche mindestens 90% des Durchmessers der Halbleiterscheiben beträgt.

### Zusammenfassung

#### Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls aus Silicium, sowie ein Einkristall aus Silicium und davon abgetrennte Halbleiterscheiben

Gegenstand der Erfindung ist Verfahren zur Herstellung eines Einkristalls aus Silicium durch Ziehen des Einkristalls gemäß der Czochralski-Methode aus einer Schmelze, die in einem sich drehenden Tiegel vorgehalten wird, wobei der Einkristall an einer Wachstumsfront wächst, wobei dem Zentrum der Wachstumsfront durch einen zur Wachstumsfront gerichteten Wärmestrom gezielt Wärme zugeführt wird. Gegenstand der Erfindung sind weiterhin ein Einkristall aus Silicium mit einem Sauerstoffgehalt von  $4 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  bis  $7.2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  und einer radialen Konzentrationsänderung von Bor oder Phosphor von unter 5%, der keine agglomerierten Eigenpunktdefekte hat und Halbleiterscheiben, die von dem Einkristall abgetrennt werden, sowie Halbleiterscheiben mit agglomerierten Leerstellendefekten (COPs) als einzigem Eigenpunktdefekt-Typ.

**Fig. 1****Fig. 2**

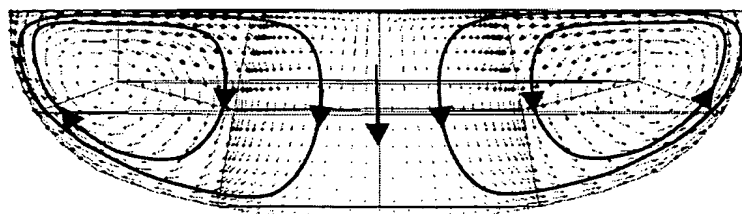


Fig. 3

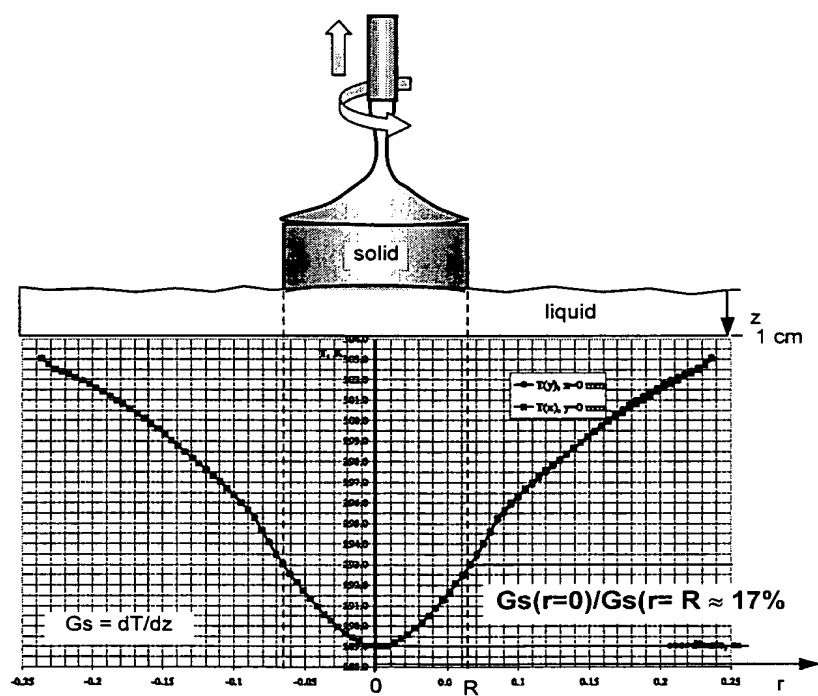


Fig. 4



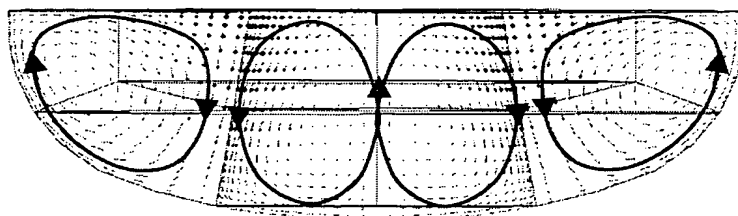


Fig. 5

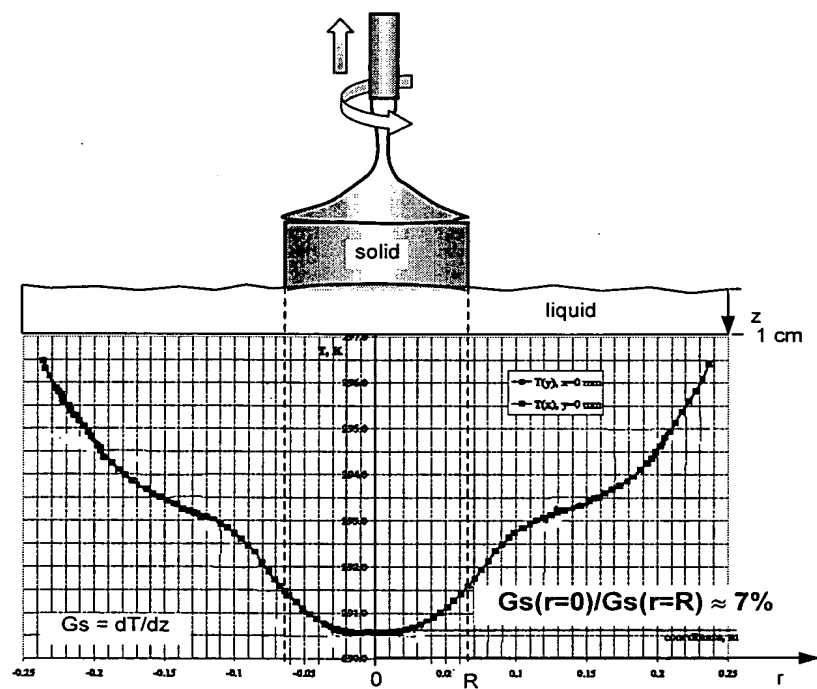


Fig. 6

25

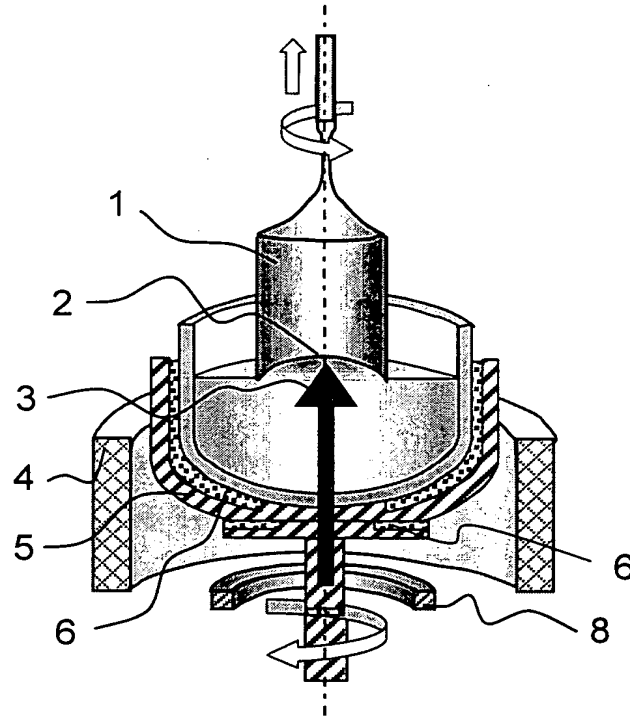


Fig. 7

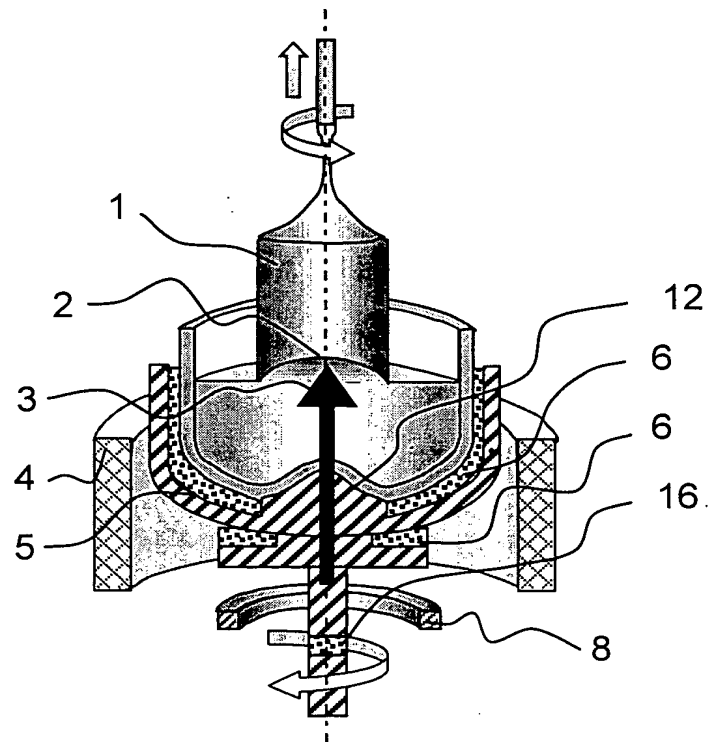


Fig. 8

26

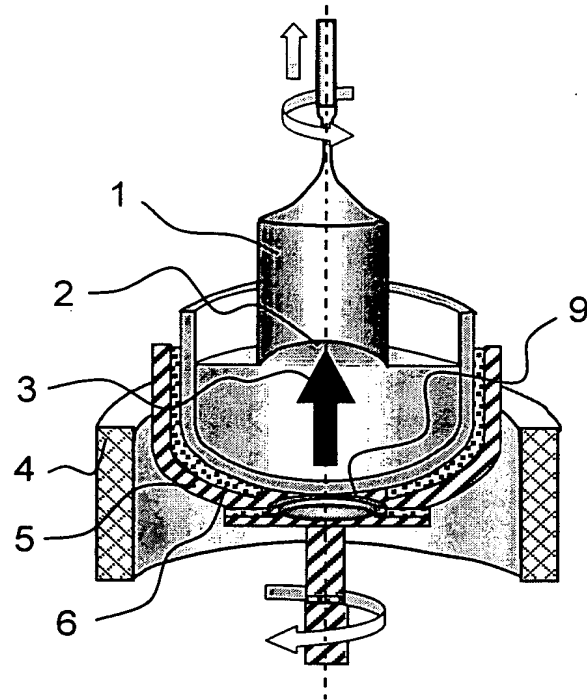


Fig. 9

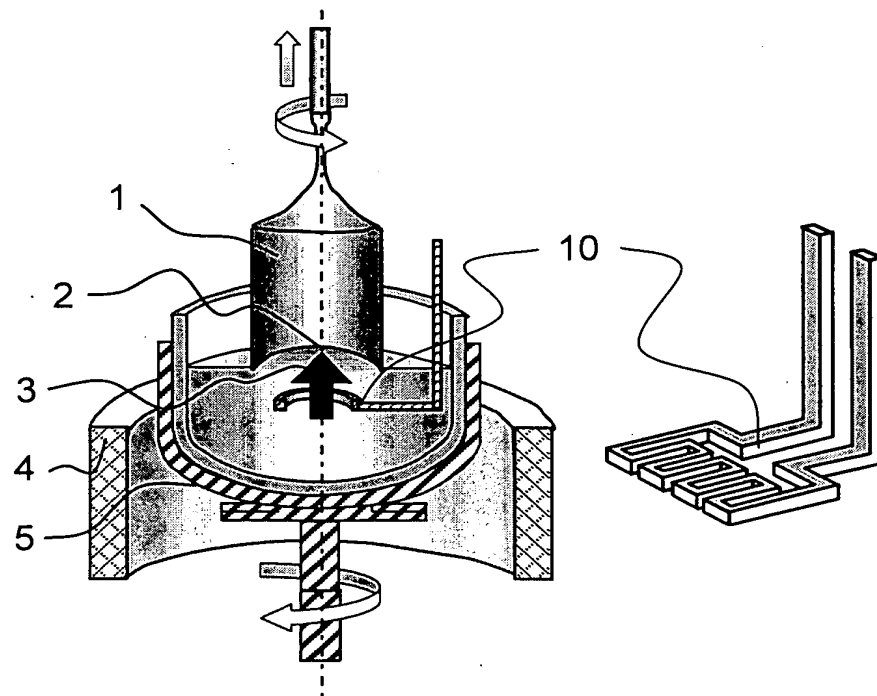


Fig. 10

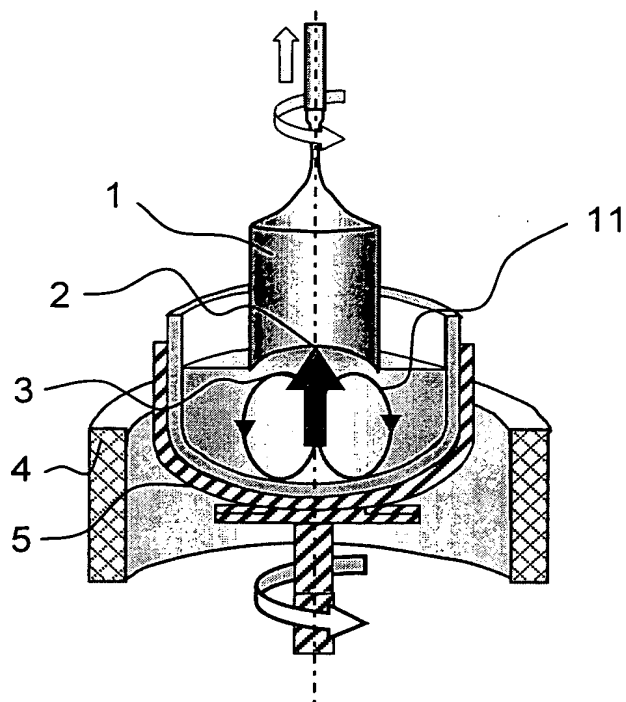


Fig.11

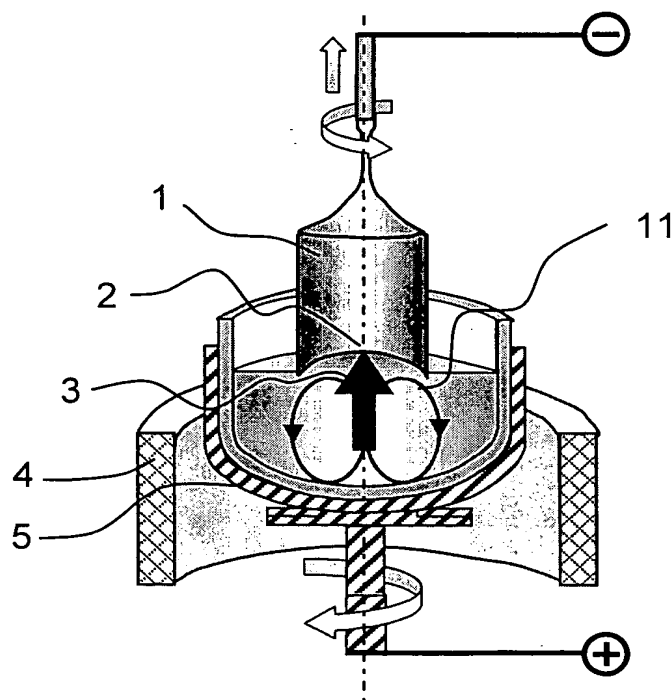
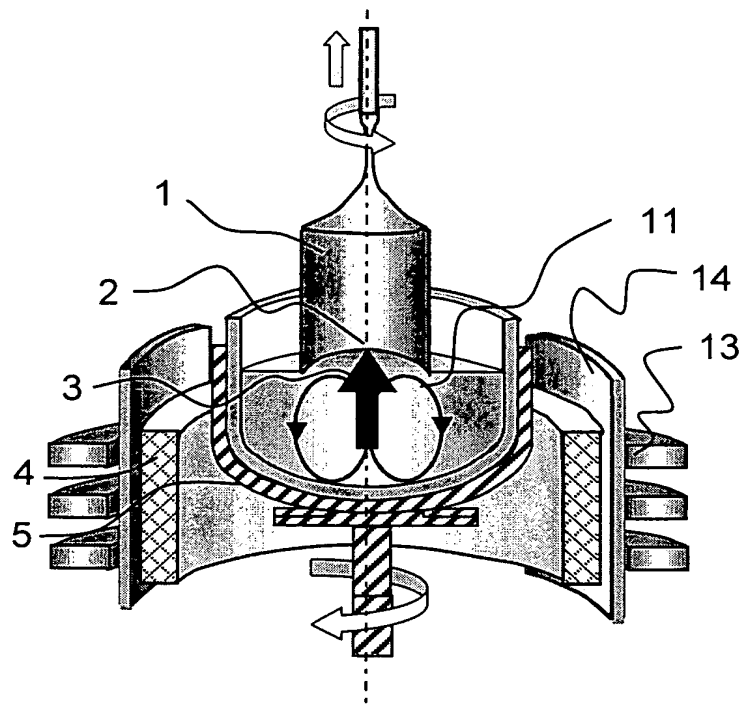


Fig.12

**Fig. 13**